

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-230626

(43)Date of publication of application : 09.10.1987

(51)Int.Cl.

C03B 8/02
C01B 33/152
C03C 11/00

(21)Application number : 61-073253

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 31.03.1986

(72)Inventor : KATO EIJI
YAMADA KUNIHARU

(54) PRODUCTION OF POROUS GLASS

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a porous glass having high bulkiness and narrow pore size distribution, by using a metal alkoxide as a raw material, hydrolyzing the alkoxide to obtain a sol, adding spherical silica having uniform particle diameter to the sol and gelatinizing, drying and calcining the mixture.

CONSTITUTION: For example, ethanol and ammonia water are added to tetraethoxysilane to obtain monidisperse spherical silica particles having a diameter of about 50 μ m. The particles are mixed with a solution produced by hydrolyzing tetraethoxysilane with hydrochloric acid and the mixture is gelatinized, dried and calcined to obtain a porous glass. A porous glass having high bulkiness, containing pores having diameter of several tens W several thousand μ m; and having narrow pore size distribution can be produced by this process.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-230626

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)10月9日

C 03 B 8/02
C 01 B 33/152
C 03 C 11/00

7344-4G
6526-4G
6674-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 多孔質ガラスの製造方法

⑯ 特 願 昭61-73253

⑰ 出 願 昭61(1986)3月31日

⑱ 発 明 者 加 藤 栄 司 諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
⑲ 発 明 者 山 田 邦 晴 諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
⑳ 出 願 人 セイコーエプソン株式 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
会社
㉑ 代 理 人 弁理士 最 上 務 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 多孔質ガラスの製造方法

2. 特許請求の範囲

金属アルコキシドを原料とするゾルーゲル法による多孔質ガラスの製造において、ゾル中に粒径のそろつた球状シリカを加えた後に、ゲル化、乾燥、焼成の工程を有することを特徴とする多孔質ガラスの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は多孔質ガラスの製造方法に関する。

〔従来技術〕

従来の多孔質ガラスの製造方法を以下に示す。

1. コーニンググラスワーク社の特許(U.S. Pat. 2,215,039, 2,221,709)に示されるように、硼酸、アルカリ金属酸化物、珪砂等を主原料として溶融した硼硅酸ガラスを、数百度の温度で熱処

理して珪砂質のガラス相と、硼酸とアルカリ金属酸化物に富んだガラス相とに分相させる。次にこのガラスを酸溶液、又は熱水で処理することにより、硼酸とアルカリ金属に富んだガラス相を溶出させ、珪酸成分に富んだ、元の形状を保持したガラスを得るという製造方法。

2. 金属アルコキシドを原料とし、加水分解を行ないゾルとして、その溶液をゲル化、乾燥、焼成することにより多孔質ガラスを得るという製造方法。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかし前述の従来技術は次の問題点を有する。

1. 従来技術1は、分相後、硼酸、アルカリ金属に富んだガラス相を溶出することにより細孔を形成するため、数センチメートルに及ぶ厚さのガラスについては均一な細孔を形成することが不可能であり、又、バルク状のものは得ることが困難であるという問題点を有する。

2. 前述の従来技術2は、収小オンゲストロームの細孔を有する多孔質ガラスしか製造することが

できず、又、細孔径分布も分布の広いものしか得ることができないという問題点を有する。

そこで本発明はこのような問題点を解決するもので、その目的とするところは、厚さが数センチメートルのバルク状であり、数十オングストロームから数千オングストロームの細孔を有し、しかも狭い細孔径分布制御を可能にする多孔質ガラスの製造方法を提供するところにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明の多孔質ガラスの製造方法は、金属アルコキシドを原料とするゾルーゲル法による多孔質ガラスの製造において、ゾル中に粒径のそろった球状シリカを加えた後に、ゲル化、乾燥、焼成の工程を有することを特徴とする。

〔実施例〕

以下に実施例を詳細に述べる。

実施例

テトラエトキシシランとエチルアルコールの混合溶液に、エタノール、アンモニア水、水を混合した溶液を添加し1時間程度攪拌する。そのまま

4時間程度放置しシリカ粒子を成長させ球状粒子とする。この方法により500~7000オングストロームの単分散のシリカ球状粒子を得る。この球状粒子の分散した溶液を、ロータリーエバポレーターで体積で5分の1程度に濃縮した後、2規定の塩酸でpHを2~5に調整する。エトラエトキシシランに0.01規定の塩酸を加え激しく攪拌する。加水分解が終了した後、このゾル溶液と前述の濃縮液とを混合、攪拌を行ない充分に分散させる。その後、0.01規定のアンモニア水でpHを3.5~5.0に調整し容器に仕込み、ゲル化させ30~40℃で放置する。10~20時間後、容器に数多~数多の穴を開け、40~60℃の乾燥器内で10~15日間乾燥を行ない、続いて700~900℃で焼成することにより多孔質ガラスを得る。得られた多孔質ガラスは、数センチメートル立方のものも割れることなく得ることができ、数十~数千オングストロームの細孔を有する。500~7000オングストロームの球状粒子を導入した多孔質ガラスの細孔径と以下の実施例に示す。

実施例1

テトラエトキシシラン100mℓにエタノールを1100mℓとアンモニア水を50mℓ加え直径500オングストローム程度の単分散シリカ球状粒子を得、テトラエトキシシラン50mℓに0.01規定の塩酸を加え加水分解した溶液とを混合し前述したゲル化、乾燥、焼成の工程を過て多孔質ガラスを得る。得られた多孔質ガラスの細孔径分布を第1図に示す。

実施例2

テトラエトキシシラン100mℓにエタノールを1100mℓとアンモニア水を70mℓ加え直径100オングストローム程度の単分散シリカ球状粒子を得、以下比較例1と同様に多孔質ガラスを得る。得られた多孔質ガラスの細孔径分布を第2図に示す。

実施例3

テトラエトキシシラン100mℓにエタノールを1100mℓとアンモニア水を110mℓ加え直径3000オングストローム程度の単分散シリカ球状

粒子を得、以下比較例1と同様に多孔質ガラスを得る。得られた多孔質ガラスの細孔径分布を第3図に示す。

実施例4

テトラエトキシシラン100mℓにエタノールを1100mℓとアンモニア水を150mℓ加え直径5000オングストローム程度の単分散シリカ球状粒子を得、以下比較例1と同様に多孔質ガラスを得る。得られた多孔質ガラスの細孔径分布を第4図に示す。

実施例5

テトラエトキシシラン100mℓにエタノールを1100mℓとアンモニア水を190mℓ加え直径7000オングストローム程度の単分散シリカ球状粒子を得、以下比較例1と同様に多孔質ガラスを得る。得られた多孔質ガラスの細孔径分布を第5図に示す。

〔発明の効果〕

以上述べたように発明によれば、金属アルコキシドを原料とするゾルーゲル法による多孔質ガラ

スの製造において、ゾル中に粒径のそろった球状シリカを加えた後に、ゲル化、乾燥、焼成の工程を有することにより、パルク状であり、数十から数千オングストロームの細孔を有し、しかも狭い細孔径分布制御を可能にする多孔質ガラスを製造することができるという効果を有する。

4. 図面の簡単な説明

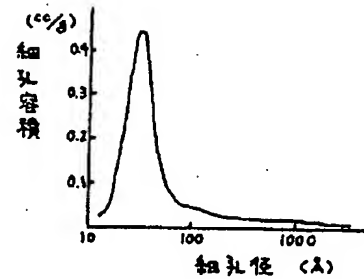
第1図は本発明における実施例1の細孔径分布を示す図。

第2図は本発明における実施例2の細孔径分布を示す図。

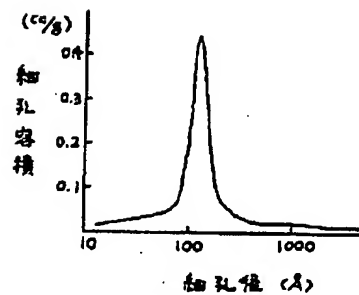
第3図は本発明における実施例3の細孔径分布を示す図。

第4図は本発明における実施例4の細孔径分布を示す図。

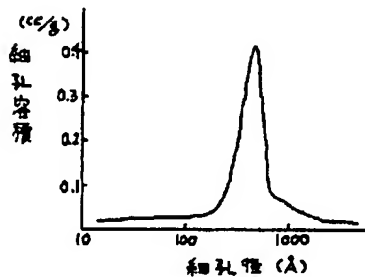
第5図は本発明における実施例5の細孔径分布を示す図。



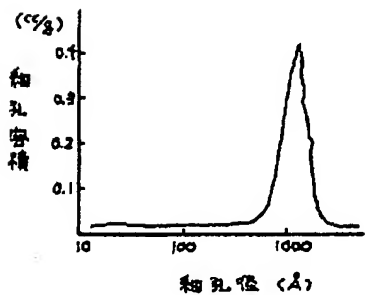
第 1 図



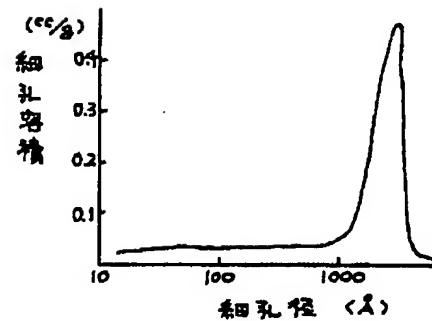
第 2 図



第 3 図



第 4 図



第 5 図